(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum Internationales Büro





(43) Internationales Veröffentlichungsdatum 15. September 2005 (15.09.2005)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer WO 2005/085367 A1

- (51) Internationale Patentklassifikation⁷: C09B 67/22, G03F 7/00, G03G 9/09, C09D 11/00
- (21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2005/001802
- (22) Internationales Anmeldedatum:

22. Februar 2005 (22.02.2005)

- (25) Einreichungssprache: Deutsch
- (26) Veröffentlichungssprache: Deutsch
- (30) Angaben zur Priorität: 10 2004 010 282.1 3. März 2004 (03.03.2004) DE
- (71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): CLARIANT GMBH [DE/DE]; Brüningstrasse 50, 65929 Frankfurt am Main (DE).
- (72) Erfinder; und
- (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): HECKMANN, Heino [DE/DE]; Alt-Niederhofheim 65, 65835 Liederbach (DE). MACHOLDT, Hans-Tobias [DE/DE]; Waldstrasse 20, 64297 Darmstadt-Eberstadt (DE). VENERA, Magali [FR/DE]; Mainblick 47, 65779 Kelkheim (DE).
- (74) Anwälte: HÜTTER, Klaus usw.; Clariant GmbH, Patente, Marken, Lizenzen, Am Unisys-Park 1, 65843 Sulzbach (DE).

- (81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.
- (84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

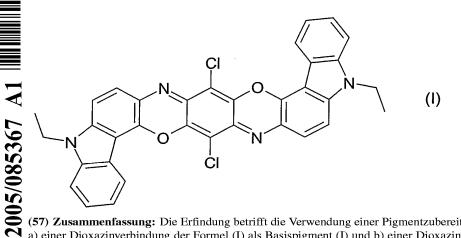
Veröffentlicht:

- mit internationalem Recherchenbericht
- vor Ablauf der f\u00fcr \u00e4nden der Anspr\u00fcche geltenden
 Frist; Ver\u00f6ffentlichung wird wiederholt, falls \u00e4nderungen
 eintreffen

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: VIOLET COLORANT FOR COLOUR FILTERS, INKS FOR INK-JET, ELECTROPHOTOGRAPHIC TONERS AND DEVELOPERS AND E-INKS

(54) Bezeichnung: VIOLETTES FARBMITTEL FÜR COLOR FILTER, INK JET TINTEN, ELEKTROPHOTOGAPHISCHE TONER UND ENTWICKLER UND E-INKS



- (57) Abstract: The invention relates to the use of a pigment preparation comprising a) a dioxazine compound of formula (I) in the form of a base pigment (I) and b) a dioxazine compound of general formula (II) in the form of a pigment dispersing agent, wherein Q is an m-valence residue of the base pigment of formula (I), Y is a bridge forming group, X is, in particular a heterocycle and m is an integer value between 1 and 4. The inventive pigment preparation is used for colour filters inks for ink-jet, electrophotographic toners and developers and e-inks.
- (57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft die Verwendung einer Pigmentzubereitung, gekennzeichnet durch einen Gehalt an a) einer Dioxazinverbindung der Formel (I) als Basispigment (I) und b) einer Dioxazinverbindung der allgemeinen Formel (II) als Pigmentdispergator worin Q für einen m-wertigen Rest des Basispigments der Formel (I) steht, Y eine brückenbildende Gruppierung, X insbesondere einen Heterocyclus, und m einen Zahlenwert zwischen 1 und 4 angibt, als Farbmittel in Color Filtern, Ink Jet Tinten, elektrophotographischen Tonern und Entwicklern und electronic inks.

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen. WO 2005/085367 PCT/EP2005/001802

Beschreibung

Violettes Farbmittel für Color Filter, Ink Jet Tinten, elektrophotographische Toner und Entwickler und e-inks

5

10

15

20

25

30

Die vorliegende Erfindung betrifft den Einsatz von Pigmentzubereitungen auf Basis von Dioxazinen (Pigment Violett 23) und pigmentspezifischen Dispergatoren, bevorzugt mit basischen Gruppen substituiertes Pigment Violett 23, in Color Filtern, Ink Jet Tinten, elektrophotographischen Tonern und Entwicklern, und e-inks.

Bei Color Filtern (Farbfilter) wird mittels Durchlicht von roten, grünen und blauen Bildpunkten ein Vollfarbbild erzeugt. Neben den "transmissive" (or "non-emissive") (= Durchlicht) Color Filtern gibt es auch "reflective" Color Filter, die dann gegebenenfalls auch mit gelb, cyan und magenta Bildpunkten arbeiten können. Bei den Color Filtern unterscheidet man zwischen AM-(active matrix) und PM-

Bei den Color Filtern unterscheidet man zwischen AM-(active matrix) und PM(passive matrix) LCD (liquid crystal display) Color Filtern, wobei den TFT (thin film transistor)-LCD Color Filtern eine besondere Bedeutung zukommt.

Darüber hinaus können Color Filter auch bei MEMS (DMD) (= Micro-Electro-Mechanical Systems, Digital Micro Mirror Device), bei e-paper sowie weiteren geeigneten Display Technologien Einsatz finden.

Color Filter Displays finden in den unterschiedlichsten electro-optischen Systemen Anwendung, wie z.B. in Bildschirmen von Desk-Top Monitoren, in Computerbildschirmen, Bildschirmen von tragbaren Computern (Laptops, portable computers), PDA (Personal Digital Assistants) sowie in Mobiltelefon-,

Videokamera-, GPS- (global positioning systems) und sonstigen Monitoren, sowie generell in Flüssigkristall- und Charge-Coupled-Devices, plasma displays oder in electroluminiscenten und anderen Displays. Letztgenannte können z.B. active (twisted nematic) oder passive (supertwisted nematic) ferroelektrische Displays sein oder z.B. Licht emittierende Dioden.

Zudem finden Farbfilter Einsatz in Flat Panel Displays (Flachbildschirmen), die zunehmend die herkömmlichen Kathodenstrahl-Fernsehbildschirme ersetzen, oder

die generell als Anzeigetafel in beliebiger Größe für unbewegte und bewegte Information genutzt werden können.

Ein typischer LCD-Color-Filter Aufbau kann wie folgt schematisch beschrieben werden: Zwischen zwei Glasplatten befindet sich eine dünne Schicht mit Flüssigkristallen. Die obere Glasplatte hat neben einer Reihe von weiteren funktionalen Komponenten auf der äußeren Oberfläche die entsprechenden Bildpunkte, z.B. Rot, Grün, Blau (R,G,B). Diese Bildpunkte sind für einen besseren Kontrast schwarz umrandet, nach außen sind die R, G, B -Bildpunkte durch eine geeignete Schutzschicht gegen Umwelteinflüsse, wie Kratzer, geschützt. Die untere Glasplatte enthält noch weitere funktionale Komponenten wie z.B. ITO (Indium Tin Oxide) und TFT (Thin Film Transistors), die unter anderem zum Ansteuern der einzelnen Bildpunkte dienen.

Wird nun durch die untere Glasplatte geeignetes Licht (z.B. linear polarisiertes

Licht einer bestimmten Wellenlänge) geschickt, so kann nun der Flüssigkristall

durch elektronisches Ansteuern auf "hell" oder "dunkel" gestellt werden (oder auf jede beliebige Zwischenstufe).

Dementsprechend werden die Color Filter -Bildpunkte mit Licht versorgt und für das menschliche Auge ergibt sich ein entsprechendes auf R, G, B aufbauendes, farbiges, bewegtes oder unbewegtes Bild.

Ganz besondere Anforderungen werden bei den Color Filter-Materialien an die eingesetzten Farbmittel gestellt.

Als wichtigste technische Parameter, die erfüllt sein müssen, lassen sich nennen:

- hohe Thermostabilität: während des Herstellvorganges eines Color Filters werden die einzelnen aufgetragenen Schichten erhitzt, so dass die Pigmentzubereitung für bis zu 1 Stunde Temperaturen bis zu 300°C aushalten muss;
 - gute Dispergierbarkeit in Color Filter Systemen;
- steile und schmale Absorptionsbanden der jeweils aufgebrachten Color Filter
 Schicht;
 - hoher Kontrast;

5

10

20

- eine gute und stabile Viskosität im Color Filter Medium: Eine zu hohe
 Viskosität verhindert die gleichmäßige Verteilung der Flüssigkeit auf dem
 Glassubstrat und beeinträchtigt dadurch die Qualität des Bildes;
- ökotoxikologische Unbedenklichkeit beim Verarbeiten;
- 5 nicht flokkulierendes Verhalten
 - eine möglichst glatte (= nicht rauhe) Oberfläche der aufgebrachten
 (pigmentierten) Color Filter
 - Säurebeständigkeit (für z.B. Etchingverfahren)
 - Lösemittelechtheit.

10

15

In WO 01/04215 A2 wird ein Prozess zur Herstellung von Pigmenten offen gelegt, der eine Reibungsbeanspruchung eines Rohpigments, darunter bevorzugt P.V. 23, in Gegenwart größerer Mengen anorganischer Salze mit anschließender Knetung des so erhaltenen Produkts in Gegenwart organischer Flüssigkeiten vorsieht. Der Einsatz derartiger Pigmente in Color Filtern wird ebenfalls offen gelegt.

US 6 284 432 B1 beschreibt Farbmittel für Color Filter, die sich aus einem organischen Pigment sowie einem Sulfonat- und Sulfonamidgruppen enthaltenden Derivat eines organischen Pigments und einem Bindemittel zusammensetzen.

20

25

30

Die durch diese Methoden gewonnenen Farbmittel können jedoch die hohen Anforderungen, die die Anwendung in Color Filter-Materialien an die Farbmittel stellen, nicht immer ausreichend erfüllen. So ist beispielsweise die Dispergierbarkeit und das Flokkulationsverhalten der Farbmittel, die Rheologie daraus hergestellter Pigmentpräparationen, sowie die Homogenität und Glattheit daraus hergestellter Schichten noch nicht ausreichend. Weiterhin sind optische Parameter, wie die Transmission, Steilheit der Absorptionsflanken und der Kontrast (Beibehaltung der Polarisation) verbesserungswürdig.

Für den violetten Farbton und zum Abtönen von blauen Farbtönen sind Farbmittel auf Basis von C.I. Pigment Violet 23 wegen der Farbnuance von besonderem Interesse.

Derzeit am Markt befindliche Pigmente auf Basis von P.V. 23 haben jedoch Mängel bezüglich der Dispergierbarkeit in Color Filter Systemen, des

Flokkulationsverhaltens, einer guten und stabilen Viskosität, der Oberflächenbeschaffenheit (z.B. Rauheit) des Color Filters sowie des (Bild) Kontrastes und können deswegen entweder gar nicht oder nur eingeschränkt eingesetzt werden.

5

Ziel der vorliegenden Erfindung war, ein Farbmittel mit violettem Farbton für den Einsatz in Color Filtern, Ink Jet Tinten, elektrophotographischen Tonern und Entwicklern und e-inks zur Verfügung zu stellen, das die voranstehend erläuterten Mängel überwindet.

10

Die Aufgabe wurde überraschenderweise durch eine Pigmentzubereitung, bestehend aus einer Kombination von P.V. 23 und Pigmentdispergatoren auf Basis von Dioxazinverbindungen, die bevorzugt mit basischen Gruppen substituiert sind, gelöst.

15

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist die Verwendung einer Pigmentzubereitung, gekennzeichnet durch einen Gehalt an

a) einer Dioxazinverbindung der Formel (I) als Basispigment

$$\begin{array}{c|c} CI & \\ N & \\ O & \\ CI & \\ \end{array}$$

20

und

b) einer Dioxazinverbindung der allgemeinen Formel (II) als Pigmentdispergator

25

$$Q-[Y-X]_{m} \qquad (II)$$

worin

5

20

25

30

Q für einen m-wertigen Rest des Basispigments der Formel (I) steht,

eine brückenbildende Gruppierung aus der Reihe -(CR¹R²)_x- mit x gleich 1 bis 6, substituiertes oder unsubstituiertes Phenylen, insbesondere 1,4-Phenylen, -CO-, oder –NR³- oder eine sich ggf. wiederholende Kombination von mindestens zwei solcher Brückenglieder unterschiedlichen Typs bezeichnet, wobei R¹, R² und R³ unabhängig voneinander Wasserstoff oder C₁-C₄-Alkyl bedeuten,

den Rest eines über ein C-Atom an das Brückenglied Y gebundenen,
aliphatischen oder aromatischen, fünf-, sechs- oder siebengliedrigen
heterocyclischen Systems mit jeweils 1 bis 3 ringangehörigen, gleichen
oder unterschiedlichen Heteroatomen aus der Reihe Stickstoff, Sauerstoff
oder Schwefel darstellt, das ggf. noch einen benzokondensierten Ring
aufweist und durch C₁-C₄-Alkyl, C₂-C₄-Alkenyl, C₁-C₃-Hydroxyalkyl oder
Phenyl substituiert sein kann;

oder einen über den Imidstickstoff an das Brückenglied Y gebundenen Phthalimido-Rest darstellt, der am benzoiden Ring bis maximal vierfach durch Chlor, Brom, Nitro, Carboxy, N-(C₁-C₅-Alkyl)-carbamoyl, N-Phenyl-carbamoyl oder Benzoylamino substituiert sein kann;

oder einen Rest –NR 4 R 5 darstellt, in dem R 4 und R 5 unabhängig voneinander jeweils Wasserstoff, ggf. substituiertes C $_1$ -C $_2$ 0-Alkyl oder C $_2$ -C $_2$ 0-Alkenyl, C $_5$ -C $_6$ -Cycloalkyl, ggf. substituiertes Phenyl, Benzyl oder Naphthyl sind;

oder in dem die Gruppe –NR⁴R⁵ ein aliphatisches oder aromatisches, fünf-, sechs- oder siebengliedriges heterocyclisches System mit jeweils 1 bis 3 ringangehörigen, gleichen oder unterschiedlichen Heteroatomen aus der Reihe Stickstoff, Sauerstoff oder Schwefel bildet, das ggf. noch einen benzokondensierten Ring aufweist und durch Hydroxy, Oxo, C₁-C₄-Alkyl, C₂-C₄-Alkenyl, C₁-C₃-Hydroxyalkyl oder Phenyl substituiert sein kann, und

WO 2005/085367 PCT/EP2005/001802 6

einen Zahlenwert zwischen 1 und 4 angibt, m als Farbmittel in Color Filtern, Ink Jet Tinten, elektrophotographischen Tonern und Entwicklern und electronic inks.

Im Falle, dass m > 1 ist, können die Gruppen (Y-X) gleich oder verschieden sein. 5 vorzugsweise ist jedoch bei mehreren Resten (Y-X) deren Bedeutung jeweils identisch.

Unter "substituiertem" Phenyl, Phenylen oder Alkyl werden vorzugsweise 1 bis 5 Substituenten aus der Gruppe Wasserstoff, Cl, Br, C₁-C₁₈-Alkyl, C₅-C₆-Cycloalkyl,

Benzyl, C₆-C₁₀-Aryl, Pyridyl, Pyrryl, Thienyl, Imidazolyl, Oxazolyl, Thiazolyl, 10 Pyrimidyl, C₁-C₁₈-Alkoxy, C₆-C₁₀-Aryloxy, C₁-C₁₈-Alkylthio, C₆-C₁₀-Arylthio, C₁-C₁₈-Alkylamino, C₆-C₁₀-Arylamino, Di(C₁-C₁₈-alkyl)-amino, C₁-C₁₈-Alkyl-C₆-C₁₀arylamino, Di(C₆-C₁₀-aryl)-amino, SO₃H, C₁-C₁₈-Alkoxysulfonyl, C₁-C₁₈-Alkylsulfonyl und Di(C₁-C₁₈-alkyl)-aminosulfonyl verstanden.

15

20

25

30

Bevorzugt sind Pigmentdispergatoren der Formel (II), worin die Bedeutung -(CH₂)_p-, -CO-NR³-(CH₂)_p-, -CH₂-NR³-CO-(CH₂)_p- oder -CH₂-NR³-CO-CH₂-NH-(CH₂)_n-, in denen R³ Wasserstoff oder C₁-C₄-Alkyl bedeutet, sowie n und p unabhängig voneinander jeweils Zahlenwerte von 1 bis 6 darstellen,

Χ den Rest eines über ein C-Atom an das Brückenglied Y gebundenes Furan. Thiophen, Pyrrol, Pyrazol, Thiazol, Oxazol, Triazol, Imidazol, Thionaphthen, Benzoxazol, Benzothiazol, Benzimidazol, Benzotriazol oder Indol; oder einen Rest –NR⁴R⁵ darstellt, in dem R⁴ und R⁵ unabhängig voneinander ieweils Wasserstoff, ggf. substituiertes C₁-C₆-Alkyl oder C₂-C₆-Alkenyl, C₅-C₆-Cycloalkyl, ggf, substituiertes Phenyl, Benzyl oder Naphthyl sind; oder in dem die Gruppe -NR⁴R⁵ ein Pyrrolinyl, Pyrrolidinyl, Piperidinyl, Morpholinyl, Homopiperidinyl oder Imidazolyl bedeutet, das ggf. noch einen benzokondensierten Ring aufweist und durch Hydroxy, Oxo, C₁-C₄-Alkyl, C₁-C₃-Hydroxyalkyl oder Phenyl substituiert sein kann und m eine Zahl von 1 bis 3 ist.

Besonders bevorzugt sind Pigmentdispergatoren der Formel (II), worin

7

Y -(CH₂)₁₋₃-, -CO-NH-(CH₂)₁₋₃-, -CH₂-NH-CO-(CH₂)₁₋₃- oder -CH₂-NH-CO-CH₂-NH-(CH₂)₂₋₃-,

 χ über den Imidstickstoff oder die Positionen 4 oder 5 an das Brückenglied Y gebundenes Imidazolyl oder einen Rest –NR⁴R⁵ bezeichnet, wobei R⁴ und R⁵ Wasserstoff oder C₁-C₄-Alkyl darstellen, und

m eine Zahl von 1 bis 2,5 ist.

Ganz besonders bevorzugt im Sinne der vorliegenden Erfindung sind Pigmentdispergatoren der Formel (III)

10

20

5

$$Q = \begin{bmatrix} H_3C \\ N \\ N \\ H \end{bmatrix}_m$$
 (III)

worin

Q die vorstehend genannte Bedeutung hat, und

für einen Zahlenwert von 1 bis 4, bevorzugt 1 bis 3, besonders bevorzugt 1 bis 2,5, insbesondere 1 bis 2, steht.

Die erfindungsgemäß verwendeten Pigmentzubereitungen enthalten zweckmäßigerweise 0,5 bis 99 Gew.-%, bevorzugt 1 bis 75 Gew.-%, insbesondere 2,5 bis 50 Gew.-%, ganz besonders bevorzugt 5 bis 30 Gew.-%, an Pigmentdispergator der Formel (II) oder (III), bezogen auf das Gewicht des Basispigments der Formel (I).

Pigmentzubereitungen, bestehend aus einer Dioxazinverbindung der Formel (I) als Basispigment und einer Dioxazinverbindung der allgemeinen Formel (II) als Pigmentdispergator, sind an sich bereits bekannt und z.B. in EP-A-0 321 919 oder EP-A-0 504 923 beschrieben.

Neu und überraschend ist, dass diese Pigmentzubereitungen gegenüber dem Stand der Technik hervorragende anwendungstechnische Eigenschaften in den genannten Einsatzgebieten aufweisen. Beispielsweise zeichnen sich die Pigmentzubereitungen durch gute Dispergierbarkeit in den Anwendungsmedien, Stabilität und gute Fließfähigkeit der daraus hergestellten Dispersionen, Homogenität und Gleichmäßigkeit der zum Beispiel durch Spin Coating erzeugten Schichten, sowie hoher Transparenz und verbessertem Kontrast derartiger Schichten aus. Darüber hinaus weisen die Pigmentzubereitungen hohe Thermostabilität, Lösemittel- und Chemikalienbeständigkeit auf. Weiterhin kann das Farbmittel durch Variation des Gehalts an Pigmentdispergator der Formel (II) an die spezifischen Anforderungen des Color Filter-Materials angepasst werden.

5

10

15

20

25

30

Die Herstellung der Colorfilter kann nach üblichen Verfahren erfolgen:
Die erfindungsgemäße Pigmentzubereitung wird in einem wässrigen oder nichtwässrigen System, das noch weitere Komponenten, wie z.B. Bindemittel, enthalten kann, dispergiert. Bindemittel können thermoplastisch, duroplastisch oder photoempfindlich sein. Beispiele von thermoplastischen und duroplastischen Bindemittel beinhalten Acrylate, Acrylester, Polyimide, Polyvinylalkohole, Epoxide, Polyester, Melamine, Gelatine, Caseine. Photoempfindliche Bindemittel sind an sich bekannt und beispielsweise in der US 6,284,432 offenbart. Die so hergestellte Color Filter-Paste hat eine Konzentration an Pigmentzubereitung von 2,5 bis 80 Gew.-%.

Diese Dispersionen (Color-Filter-Pasten) können dann mittels Spincoating oder geeigneten konventionellen Druckverfahren (z.B. Flexo-, Offset-, Screen-, Intaglio- und Stempeldruck) oder berührungslosen Druckverfahren (z.B. Ink Jet) auf das Color Filter -Trägermaterial, typischerweise eine Glasplatte, aufgebracht werden. Die Bildpunkte können auch durch Thermosublimation, Thermotransfer, Electrodeposition oder anderen geeigneten Aufbringungsverfahren erzeugt werden.

Die typische Einsatzkonzentration der erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen im aufgebrachten Color Filter-Film liegt zwischen 5 und 95 Gew.-%, bevorzugt zwischen 20 und 80 Gew.-%, ganz besonders bevorzugt zwischen 40 und 60 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des Color Filter-Filmes.

Das am häufigsten angewandte Verfahren ist Spincoaten. Hierbei werden in geeigneten Photoresistsystemen nacheinander die Bildpunkte, z.B. R, G, B aufgebracht.

Eine aufgebrachte Photoresistschicht wird z.B. Strahlung ausgesetzt, anschließend entwickelt, so dass nur einzelne Bildpunkte der farbigen Schicht zurückbleiben.

5

15

Dieses Verfahren wird dann für weitere Farben wiederholt, so dass zum Schluss gleich große R, G, B- oder Y, M, C-Bildpunkte (Pixel) nebeneinander stehen.

10 Tabelle 1 gibt einen schematischen Überblick über typische Color-Filter Systeme:

| Aufbringverfahren | Photoresist | Photoresist | Pigmentiertes | Pigmentierte | |
|----------------------|-------------------|------------------|---------------|-------------------|--|
| | Farbstoff | Pigment | Drucken | Elektrodeposition | |
| Bindemittel | Gelatine, Casein, | Acrylate, | Epoxyharz, | Melamine, | |
| | Acrylate, | Polyimide, | Acrylate | Polyester, | |
| | Polyimide | Polyvinylalcohol | | Epoxyharz | |
| Farbmittel | Farbstoff | Pigment | Pigment | Pigment | |
| Filmdicke (µm) | 0,7-2,5 | 0,8-2,5 | 1,5-3,5 | 1,5-2,5 | |
| Hitzestabilität (°C) | 180 | 220-300 | 250 | 250 | |
| Lichtstabilität (h) | < 100 | > 500 | > 500 | > 500 | |
| Chemische | schlecht | gut | gut | gut | |
| Widerstandsfähigkeit | | | | - | |
| Spektrum | sehr gut | gut | gut | gut | |
| Oberfläche | gut | gut | gut | sehr gut | |
| Auflösung (μm) | 7-20 | 10-20 | 70-100 | 10-20 | |

Für die meisten Aufbringverfahren, wie z.B. das Photolitographische (Photoresisttechnologie) sind Lösemittel, bevorzugt organische Lösemittel, ein notwendiger Bestandteil.

Grundsätzlich geeignet sind alle polaren oder unpolaren organischen Lösemittel, die je nach Aufbringverfahren noch weitere Eigenschaften wie Wasserverträglichkeit oder

-unverträglichkeit, Temperaturstabilität oder sicherheits- und ecotox-relevante Aspekte erfüllen müssen.

Übliche Lösemittel sind Ethylcellosolveacetat, Diethylenglykolalkylether (z.B.
 Diethylenglykolmonoethylether, Diethylenglykoldimethylether), Propylenglykolalkylalkyletheracetate (z.B. Propylenglykolmonomethyletheracetat), Ethylenglykolalkyletheracetate (z.B. Ethylenglykolmonoethyletheracetat), N-Methylpyrrolidon, Ketone (z.B. Methylethylketone, Cyclohexanon und Cyclopentanon), Alkohole, aromatische Kohlenwasserstoffe, Ester (z.B. Ethyl-3-ethoxypropionat), cyclische
 Ester.

Diese Lösemittel können einzeln oder in Kombination miteinander eingesetzt werden.

Die erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen sind auch geeignet als Farbmittel in elektrophotographischen Tonern und Entwicklern, wie beispielsweise Ein- oder Zweikomponentenpulvertonern (auch Ein- oder Zweikomponenten-Entwickler genannt), Magnettoner, Flüssigtoner, Latextoner, Polymerisationstoner sowie Spezialtoner. Tonerpartikeln können auch für kosmetische und pharmazeutische Anwendungen, z.B. zum Coaten von Tabletten, verwendet werden.

Typische Tonerbindemittel sind Polymerisations-, Polyadditions- und Polykondensationsharze, wie Styrol-, Styrolacrylat-, Styrolbutadien-, Acrylat-, Polyester-, Phenol-Epoxidharze, Polysulfone, Polyurethane, einzeln oder in Kombination, sowie Polyethylen und Polypropylen, die noch weitere Inhaltsstoffe, wie Ladungssteuermittel, Wachse oder Fließhilfsmittel, enthalten können oder im nachhinein mit diesen Zusätzen modifiziert werden.

Elektrophotographische Toner oder Entwickler enthalten ein übliches Tonerbindemittel und zwischen 0,1 und 80 Gew.-%, bevorzugt zwischen 1 und 40 Gew.-% und besonders bevorzugt zwischen 3 und 20% Gew.-% einer erfindungsgemäßen Pigmentzubereitung und zwischen 0 und 20 Gew.-%, bevorzugt zwischen 0,1 und 5 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht des Toners oder Entwicklers, eines Ladungssteuermittel aus der Klasse der Triphenvlmethane, Ammonium- und Immoniumverbindungen; fluorierten

30

Ammonium- und Immoniumverbindungen; biskationischen Säureamide; polymeren Ammoniumverbindungen; Diallylammoniumverbindungen, Arylsulfid-Derivate, Phenolderivate, Phosphoniumverbindungen, und fluorierten Phosphoniumverbindungen; Calix(n)arene; Cyclodextrine; Polyestersalze; Metallkomplexverbindungen; Cyclooligosaccharid-Borkomplexe, Inter-Polyelektrolyt-Komplexe; Benzimidazolone; Azine, Thiazine oder Oxazine.

5

10

15

20

25

Elektrophotographische Toner können auch weiterhin noch Wachse enthalten.

Des weiteren können Wachse auch als vordispergiertes Konzentrat verwendet werden, wobei die Konzentrate (Masterbatch) Mehrkomponente sein können: Komponente sind die erfindungsgemäßen Farbmittel, Harze, Ladungssteuermittel und deren Kombinationen.

Die erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen weisen einen ausgeprägten

neutralen und stabilen triboelektrischen Eigeneffekt beim Einsatz in elektrophotographischen Tonern und Entwicklern auf.

Außerdem sind die erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen geeignet als Farbmittel in Ink-Jet Tinten auf wässriger und nichtwässriger Basis, in Mikroemulsionstinten sowie in solchen Tinten, die nach dem Hot-melt-Verfahren arbeiten.

Ink-Jet-Tinten enthalten im Allgemeinen insgesamt 0,5 bis 25 Gew.-%, vorzugsweise 1,5 bis 8 Gew.-%, (trocken gerechnet) einer erfindungsgemäßen Pigmentzubereitung.

Mikroemulsionstinten basieren auf organischen Lösemitteln, Wasser und ggf. einer zusätzlichen hydrotropen Substanz (Grenzflächenvermittler).

Mikroemulsionstinten enthalten im Allgemeinen 0,5 bis 15 Gew.-%, vorzugsweise 1,5 bis 8 Gew.-%, einer erfindungsgemäßen Pigmentzubereitung, 5 bis 99 Gew.-% Wasser und 0,5 bis 94,5 Gew.-% organisches Lösungsmittel und/oder hydrotrope Verbindung.

"Solvent based" Ink-Jet-Tinten enthalten vorzugsweise 0,5 bis 15 Gew.-% einer erfindungsgemäßen Pigmentzubereitung, 85 bis 99,5 Gew.-% organisches Lösungsmittel und/oder hydrotrope Verbindungen.

Hot-Melt-Tinten basieren meist auf Wachsen, Fettsäuren, Fettalkoholen oder Sulfonamiden, die bei Raumtemperatur fest sind und bei Erwärmen flüssig werden, wobei der bevorzugte Schmelzbereich zwischen ca. 60°C und ca. 140°C liegt. Hot-Melt Ink-Jet-Tinten bestehen z.B. im Wesentlichen aus 20 bis 90 Gew.-% Wachs und 1 bis 10 Gew.-% einer erfindungsgemäßen Pigmentzubereitung. Weiterhin können 0 bis 20 Gew.-% eines zusätzlichen Polymers (als "Farbstofflöser"), 0 bis 5 Gew.-% Dispergierhilfsmittel, 0 bis 20 Gew.-% Viskositätsveränderer, 0 bis 20 Gew.-% Plastifizierer, 0 bis 10 Gew.-% Klebrigkeitszusatz, 0 bis 10 Gew.-% Transparenzstabilisator (verhindert z.B. Kristallisation der Wachse) sowie 0 bis 2 Gew.-% Antioxidans enthalten sein.

Weiterhin sind die erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen auch als Farbmittel für elektronische Tinten ("electronic inks" bzw. "e-inks") oder "electronic paper" ("e-paper") geeignet.

15

20

25

10

5

Die erfindungsgemäßen violetten Pigmentzubereitungen können einzeln oder in Kombination mit geeigneten organischen oder anorganischen Pigmenten, oder in Kombination mit Farbstoffen eingesetzt werden, und zwar als Mischung in der Dispersion (Color Filter paste). Die Pigmentzubereitungen dienen entweder als Nuancierfarbmittel, die in Mengen von 1 Gew.-% bis 49 Gew.-% zugegeben werden können, wie z.B. beim Nuancieren von Pigment Blue 15, oder die Pigmentzubereitungen sind die Hauptkomponenten.

Als organische Pigmente kommen prinzipiell alle Monoazo-, Disazo-, verlackte Azo-, ß-Naphthol-, Naphthol AS-, Benzimidazolon-, Disazokondensations-, Azo-Metallkomplex-Pigmente und polycyclische Pigmente wie zum Beispiel

Azo-, ß-Naphthol-, Naphthol AS-, Benzimidazolon-, Disazokondensations-, Azo-Metallkomplex-Pigmente und polycyclische Pigmente wie zum Beispiel Phthalocyanin-, Chinacridon-, Perylen-, Perinon-, Thioindigo-, Anthrathron-, Anthrachinon-, Flavanthron, Indanthron-, Isoviolanthron-, Pyranthron-, Dioxazin-, Chinophthalon-, Isoindolinon-, Isoindolin- und Diketopyrrolopyrrol-Pigmente oder Ruße in Betracht.

Insbesondere eignen sich auch oberflächenmodifizierte Pigmente, deren Oberfläche durch chemische Prozesse wie beispielsweise Sulfonierung oder Diazotierung verändert und mit funktionellen, gegebenenfalls ladungstragenden

Gruppen oder Polymerketten versehen wurde (in der englischsprachigen Literatur als self-dispersing bzw. graft pigments bezeichnet).

Geeignete anorganische Pigmente sind beispielsweise Titandioxide, Zinksulfide, Eisenoxide, Chromoxide, Ultramarin, Nickel- oder Chromantimontitanoxide,

5 Cobaltoxide sowie Bismutvanadate.

15

Als organische Farbstoffe kommen bevorzugt lösemittellösliche Farbstoffe, wie Solvent Dyes und Fettfarbstoffe, aber auch Säurefarbstoffe, Direktfarbstoffe, Schwefelfarbstoffe und deren Leukoform, Metallkomplexfarbstoffe oder Reaktivfarbstoffe in Betracht, wobei im Falle der Reaktivfarbstoffe auch mit

10 Nukleophilen abreagierte Farbstoffe eingesetzt werden können.

Als beispielhafte Auswahl besonders bevorzugter organischer Pigmente sind dabei Rußpigmente, wie z.B. Gas- oder Furnaceruße; Monoazo- und Disazopigmente, insbesondere die Colour Index Pigmente, einzeln oder in Kombination, wie z.B.:

Pigment Red 2, Pigment Red 3, Pigment Red 4, Pigment Red 5, Pigment Red 9, Pigment Red 12, Pigment Red 14, Pigment Red 38, Pigment Red 48:2, Pigment Red 48:3, Pigment Red 48:4, Pigment Red 53:1, Pigment Red 57:1, Pigment Red 112, Pigment Red 122, Pigment Red 144, Pigment Red 146, Pigment Red 147.

Pigment Red 149, Pigment Red 168, Pigment Red 169, Pigment Red 170, Pigment Red 175, Pigment Red 176, Pigment Red 177, Pigment Red 179, Pigment Red 181, Pigment Red 184, Pigment Red 185, Pigment Red 187, Pigment Red 188, Pigment Red 207, Pigment Red 208, Pigment Red 209, Pigment Red 210, Pigment Red 214, Pigment Red 242, Pigment Red 247.

Pigment Red 253, Pigment Red 254, Pigment Red 256, Pigment Red 257, Pigment Red 262, Pigment Red 263, Pigment Red 266, Pigment Red 269, Pigment Red 274, Pigment Violet 19 oder Pigment Violet 32; Pigment Yellow 1, Pigment Yellow 3, Pigment Yellow 12, Pigment Yellow 13.

Pigment Yellow 14, Pigment Yellow 16, Pigment Yellow 17, Pigment Yellow 73,

Pigment Yellow 74, Pigment Yellow 81, Pigment Yellow 83, Pigment Yellow 87, Pigment Yellow 97, Pigment Yellow 111, Pigment Yellow 120, Pigment Yellow 126, Pigment Yellow 127, Pigment Yellow 128, Pigment Yellow 139, Pigment Yellow 151, Pigment Yellow 154, Pigment Yellow 155, Pigment Yellow 173,

Pigment Yellow 174, Pigment Yellow 175, Pigment Yellow 176, Pigment Yellow 180, Pigment Yellow 181, Pigment Yellow 191, Pigment Yellow 194, Pigment Yellow 213, Pigment Yellow 214;

Pigment Orange 5, Pigment Orange 13, Pigment Orange 34, Pigment Orange 36, Pigment Orange 38, Pigment Orange 43, Pigment Orange 62, Pigment Orange 68, Pigment Orange 70, Pigment Orange 72 oder Pigment Orange 74; Pigment Green 7 oder Pigment Green 36 Pigment Blue 15, Pigment Blue 15:1, Pigment Blue 15:2, Pigment Blue 15:3, Pigment Blue 15:4, Pigment Blue 15:6, Pigment Blue 16, Pigment Blue 56, Pigment Blue 60 oder Pigment Blue 61.

10

5

Bevorzugt werden die erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen zum Nuancieren von Grün-, Blau- und Rot-Pigmenten eingesetzt, besonders bevorzugt mit Pigmenten auf Basis von P. Blue 15, 15:1, 15:2, 15:3, 15:4 und 15:6.

15 Beispiele:

Herstellung eines Test-Color Filters:

Es wird zunächst eine Color Filter-Paste hergestellt, die aus Pigmentzubereitung, Bindemittel, Lösemittel und Dispergierhilfsmittel nach folgender Rezeptur besteht:

- 87 Gew.-% Basisfirnis (davon sind 89% ein Lösemittelgemisch aus 60 % 1-Methoxy-2-propylacetat, 30 % Ethyl 3-ethoxypropionat, 10 % Cyclohexanon; und 11 % sind ein Styrolacrylpolymer);
 - 10 Gew.-% Pigmentzubereitung; und
 - 3 Gew.-% Disperbyk® 161.

25

20

Die vorstehende Mischung wird mit Zirkonkugeln (Ø 0,5-0,7 mm) in einem Paint Shaker für 3 Stunden dispergiert. Die Color Filter-Paste wird anschließend filtriert und mit dem im Basisfirnis enthaltenen Lösemittelgemisch verdünnt, bis der Anteil der Pigmentzubereitung in der Paste 6 Gew.-% beträgt.

Die verdünnte Color Filter-Paste wird auf ein Glassubstrat mittels Spin Coater aufgetragen, um einen Color Filter-Film zu erzeugen. Die eingestellte Geschwindigkeit des Spin Coaters bestimmt die Schichtdicke des Color Filter-Filmes (je schneller, desto dünner), die wiederum einen Einfluss auf die

Transparenz hat (je dicker der Film ist, desto mehr absorbiert der Film). Die Schichtdicke ist meist unter 1 µm. Die Transparenz und der Kontrast werden an diesem Color Filter-Film bestimmt.

Die Transmission des beschichteten Glassubstrates wird spektrophotometrisch in dem Anwendungsbereich von 400-700 nm ermittelt. Transmissionswerte werden bei 31 Wellenlängen erfasst. Zur Beschreibung der Coloristik wird das CIE L*a*b* Farbmodell herangezogen. L* beschreibt dabei die Helligkeit, wobei der Zahlenwert 0 für schwarz und 100 für weiß steht. a* beschreibt die rot-grün Achse, b* die blau-gelb Achse.

10

15

20

25

5

Die Dispergierbarkeit der erfindungsgemäßen Pigmentzubereitung wird mittels Viskositätsmessung sichergestellt. Die Viskosität wird an der oben beschriebenen verdünnten Color Filter-Paste ermittelt. Die Messung erfolgt mittels eines Rotationsviskosimeters (Typ RS75, Fa. Haake), bei einer Temperatur von 23°C ± 0,5°C und bei einer Schergeschwindigkeit von 60s⁻¹.

Beispiel für die Synthese eines Pigmentdispergators

In 1500 Teile Polyphosphorsäure werden bei 120°C 60 Teile Rohpigment Violett 23 (salzfrei) eingetragen. Nach einstündigem Rühren werden langsam 28,7 Teile 4-Methyl-5-hydroxymethylimidazol Hydrochlorid zugesetzt. Anschließend wird 5 Stunden bei 120°C gerührt. Die Reaktionslösung wird danach auf Eiswasser ausgetragen, mit konz. Natronlauge auf pH 10 gestellt und über Nacht stehengelassen. Anschließend wird der Niederschlag abgesaugt, mit Wasser neutral und salzfrei gewaschen und bei 50°C getrocknet. Man erhält 73 Teile des Pigmentdispergators der Formel (III) mit m gleich 1.

Beispiel 1

30 a) Synthese Pigmentcrude

30 Teile grobkristallines Rohpigment (Pigment Violet 23), hergestellt in salzfreier Form entsprechend BIOS Final Report 960, Seite 75, werden in ein zylindrisches 1-Liter-Kunststoffgefäß eingebracht, das mit 1400 g Cylpebs (aus Korund, von

12 mm Durchmesser, Hersteller: Groß GmbH, Hof) als Mahlkörper gefüllt ist. Das Gemisch wird nun 4 Stunden lang unter Schütteln auf einer Schwingmühle vom Typ Vibratom[®] (Hersteller: Siebtechnik Mühlheim) fein vermahlen. Danach wird das Mahlgut von den Mahlkörpern abgesiebt. Man erhält 29 g Mahlgut.

5

20

b) Finish

Zu 103,0 Teilen Wasser und 37,2 Teilen Isobutanol fügt man 29 Teile Mahlgut aus Rohpigment P.V. 23. Nach mehrstündigem Rühren bei Siedetemperatur werden 23,7 Teile einer 10 gew.-%igen wässrigen Suspension des Pigmentdispergators der Formel (III) mit m gleich 1, hergestellt wie in vorstehendem Synthesebeispiel beschrieben, zugegeben, das Lösemittel abdestilliert und mit 18,7 Teilen Wasser verdünnt.

c) Aufarbeitung

Anschließend wird der Ansatz heiß abgesaugt. Das Produkt wird salzfrei gewaschen und bei 80°C im Vakuum getrocknet.

d) Mahlung

Die erhaltenen 31,0 Teile der Pigmentzubereitung werden über eine Stiftmühle gemahlen. Man erhält ein gut kristallines Pulver mit einem Röntgen-Index von 7,31 und einer BET-Oberfläche von 93,2 m²/g.

Die Untersuchung der Teilchengrößenverteilung der Primärteilchen liefert folgende Kenngrößen:

 $d_{25} = 37 \text{ nm}, d_{50} = 47 \text{ nm}, d_{75} = 60 \text{ nm}.$

25 Länge zu Breiteverhältnis: 1,45:1

Bestimmung der Transmission und Coloristik:

Es wird eine Color Filter-Paste gemäß vorstehend beschriebener Vorschrift hergestellt. Die Viskosität der Color Filter-Paste beträgt: η = 13,6 mPa.s.

Anschließend werden 3 mL von der verdünnten Color Filter-Paste pipettiert und auf ein Glassubstrat mittels Spin Coater bei einer Drehgeschwindigkeit von 2500 rpm während 20s aufgetragen. Die coloristischen Eigenschaften des Color Filter-Films werden anschließend spektrophotometrisch bestimmt.

Coloristik:

5

10

15

| L* | a* | b* | |
|-------|-------|--------|--|
| 49,88 | 47,83 | -60,12 | |

Transmissionswerte des Color Filter-Films:

| | | | | | , | |
|------------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| Wellenlänge | 400 nm | 410 nm | 420 nm | 430 nm | 440 nm | 450 nm |
| Transmission (%) | 64,2 | 67,6 | 70,4 | 72,4 | 73,1 | 71,6 |
| Wellenlänge | 460 nm | 470 nm | 480 nm | 490 nm | 500 nm | - |
| Transmission (%) | 68,2 | 62,6 | 53,2 | 39,3 | 25,7 | |
| Wellenlänge | 510 nm | 520 nm | 530 nm | 540 nm | 550 nm | 560 nm |
| Transmission (%) | 15,4 | 8,3 | 5,3 | 5,2 | 5,7 | 5,6 |
| Wellenlänge | 570 nm | 580 nm | 590 nm | 600 nm | 610 nm | |
| Transmission (%) | 6,6 | 11,1 | 19,8 | 28,1 | 29,7 | |
| Wellenlänge | 620 nm | 630 nm | 640 nm | 650 nm | 660 nm | 670 nm |
| Transmission (%) | 26,1 | 26,4 | 34,8 | 48,8 | 62,7 | 72,6 |
| Wellenlänge | 680 nm | 690 nm | 700 nm | | | |
| Transmission (%) | 78,5 | 81,8 | 83,7 | | | |

Bestimmung der Teilchengrößenverteilung:

Mittels Scheibenzentrifuge wird die Teilchengrößenverteilung von der verdünnten Color Filter Paste ermittelt. Um die Messung durchführen zu können, wird ein Dichte-Gradient hergestellt. Er besteht aus den Bestandteilen des für die Herstellung von Color Filter Pasten eingesetzten Basisfirnis.

| Maximum-Peak | | Halbwertsbreite | d ₅₀ | |
|--------------|----|-----------------|-----------------|--|
| 67,6 | nm | 52,9 nm | 68,9 nm | |

Elektrostatische Eigenschaften (Toner):

5 Teile der Pigmentzubereitung werden mittels eines Kneters innerhalb von 30 Min. in 95 Teile eines Tonerbindermittels (Styrol-Acrylat-Copolymer 60:40, Dialec[®] S309, Fa. Diamond Shamrock) homogen eingearbeitet. Anschließend wird auf

einer Labor-Universalmühle gemahlen und dann auf einem Zentrifugalsichter klassifiziert. Die gewünschte Fraktion (4 bis 25 µm) wird mit einem Carrier aktiviert, der aus mit Styrol-Methacryl-Copolymerisat (90:10) beschichteten Magnetit–Teilchen besteht.

Die Messung erfolgt an einem üblichen q/m Messstand. Durch Verwendung eines Siebes mit einem Maschenweite von 25 μm wird sichergestellt, dass bei den Tonerausblasungen kein Carrier mitgerissen wird. Die Messungen erfolgen bei ca. 50%iger relativer Luftfeuchtigkeit. In Abhängigkeit von der Aktivierdauer werden folgende q/m-Werte (μC/g) gemessen:

10

20

| Aktivierdauer | Aufladung q/m |
|---------------|---------------|
| 5 Min. | + 2,3 μC/g |
| 10 Min. | + 2,2 μC/g |
| 30 Min. | + 2,3 μC/g |
| 120 Min | + 2,2 μC/g |

Beispiel 2

- a) Pigmentcrude
- 15 Die Herstellung erfolgt wie in Beispiel 1a).
 - b) Finish

Die Herstellung erfolgt wie in Beispiel 1b), außer dass 27,4 Teile einer 10 gew.-%igen wässrigen Suspension des Pigmentdispergators der Formel (III) mit m gleich 1 zugesetzt werden.

- c) Aufarbeitung und d) Mahlung erfolgen wie in Beispiel 1.

 Man erhält ein gut kristallines Pulver mit einem Röntgen-Index von 7,11 und einer BET-Oberfläche von 93,7 m²/g.
- Die Untersuchung der Teilchengrößenverteilung der Primärteilchen liefert folgende Kenngrößen:

 $d_{25} = 50$ nm, $d_{50} = 78$ nm, $d_{75} = 203$ nm.

Länge zu Breiteverhältnis: 1,67:1

Die Bestimmung der Transmission erfolgt analog zu Beispiel 1.

Coloristik:

| L* | a* | b* |
|-------|-------|--------|
| 46,01 | 52,58 | -64,19 |

5 Transmissionswerte des Color Filter Films:

| Wellenlänge | 400 nm | 410 nm | 420 nm | 430 nm | 440 nm | 450 nm |
|------------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| Transmission (%) | 61,2 | 65,2 | 68,3 | 70,4 | 71,0 | 69,1 |
| Wellenlänge | 460 nm | 470 nm | 480 nm | 490 nm | 500 nm | |
| Transmission (%) | 65,2 | 58,8 | 48,5 | 34,0 | 20,6 | |
| Wellenlänge | 510 nm | 520 nm | 530 nm | 540 nm | 550 nm | 560 nm |
| Transmission (%) | 11,3 | 5,5 | 3,2 | 3,1 | 3,6 | 3,5 |
| Wellenlänge | 570 nm | 580 nm | 590 nm | 600 nm | 610 nm | |
| Transmission (%) | 4,5 | 8,5 | 16,5 | 24,1 | 25,3 | |
| Wellenlänge | 620 nm | 630 nm | 640 nm | 650 nm | 660 nm | 670 nm |
| Transmission (%) | 21,8 | 22,3 | 31,0 | 45,7 | 61,1 | 72,9 |
| Wellenlänge | 680 nm | 690 nm | 700 nm | | | |
| Transmission (%) | 80,3 | 84,6 | 87,0 | | | |

Bestimmung der Viskosität:

10 Die Color Filter-Paste aus Beispiel 2 wird wie in Beispiel 1 vermessen.

Die Viskosität beträgt: η = 22,8 mPas.

Bestimmung der Teilchengrößenverteilung:

Die Color Filter-Paste aus Beispiel 2 wird wie in Beispiel 1 vermessen.

| Maximum-Pe |
|------------|
| |

15

| Maximum-Peak | Halbwertsbreite | d ₅₀ | | |
|--------------|-----------------|-----------------|--|--|
| 70,6 nm | 53,3 nm | 71,2 nm | | |

5

Elektrostatische Eigenschaften (Toner):

Es wird ein Testtoner analog zu Beispiel 1 hergestellt und vermessen, wobei an Stelle von 5 Teilen der Pigmentzubereitung aus Beispiel 1 jetzt 5 Teile Pigmentzubereitung aus Beispiel 2 eingearbeitet werden. In Abhängigkeit von der Aktivierdauer werden folgende q/m–Werte gemessen:

| Aktivierdauer | Aufladung q/m |
|---------------|---------------|
| 5 Min. | + 3,1 µC/g |
| 10 Min. | + 2,9 µC/g |
| 30 Min. | + 2,6 µC/g |
| 120 Min | + 2,9 µC/g |

Beispiel 3:

10 a) Pigmentcrude

Die Herstellung erfolgt wie in Beispiel 1 a).

b) Finish

Die Herstellung erfolgt wie in Beispiel 1 b), außer dass 31,1 Teile einer 10 gew.-%igen wässrigen Suspension des Pigmentdispergators der Formel (III) mit m gleich 1 zugesetzt werden.

Aufarbeitung und Mahlung erfolgen wie in Beispiel 1.

Man erhält ein gut kristallines Pulver mit einem Röntgen-Index von 6,48 und einer BET-Oberfläche von 99,0 m²/g.

Die Untersuchung der Teilchengrößenverteilung der Primärteilchen liefert folgende Kenngrößen:

 $d_{25} = 31 \text{ nm}, d_{50} = 39 \text{ nm}, d_{75} = 50 \text{ nm}.$

Länge zu Breiteverhältnis: 1,52:1

25

20

15

Die Bestimmung der Transmission erfolgt analog zu Beispiel 1.

Coloristik:

| L* | a* | b* | | |
|-------|-------|--------|--|--|
| 49,00 | 48,42 | -61,05 | | |

Transmissionswerte des Color Filter Films:

| Wellenlänge | 400nm | 410nm | 420nm | 430nm | 440nm | 450nm | 460nm |
|------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Transmission (%) | 63,8 | 67,2 | 69,9 | 71,8 | 72,5 | 71,0 | 67,7 |
| Wellenlänge | 470nm | 480nm | 490nm | 500nm | | | |
| Transmission (%) | 62,0 | 52,5 | 38,5 | 24,8 | | | |
| Wellenlänge | 510nm | 520nm | 530nm | 540nm | 550nm | 560nm | 570nm |
| Transmission (%) | 14,6 | 7,6 | 4,7 | 4,6 | 5,2 | 5,0 | 6,0 |
| Wellenlänge | 580nm | 590nm | 600nm | 610nm | | | |
| Transmission (%) | 10,4 | 19,0 | 27,3 | 28,8 | | | |
| Wellenlänge | 620nm | 630nm | 640nm | 650nm | 660nm | 670nm | 680nm |
| Transmission (%) | 25,2 | 25,5 | 34,0 | 48,4 | 62,8 | 73,0 | 78,9 |
| Wellenlänge | 690nm | 700nm | | | | | |
| Transmission (%) | 82,2 | 83,9 | | | · | | |

5

Bestimmung der Viskosität:

Die Viskosität der Color Filter-Paste beträgt: η = 13,7 mPas.

Bestimmung der Teilchengrößenverteilung:

10 Die Color Filter-Paste aus Beispiel 3 wird wie in Beispiel 1 vermessen.

| Maximum-Peak | Halbwertsbreite | d ₅₀ |
|--------------|-----------------|-----------------|
| 62,3nm | 49,5nm | 61,7nm |

Elektrostatische Eigenschaften (Toner):

Es wird ein Testtoner analog zu Beispiel 1 hergestellt und vermessen, wobei an Stelle von 5 Teilen der Pigmentzubereitung aus Beispiel 1 jetzt 5 Teile Pigmentzubereitung aus Beispiel 3 eingearbeitet werden. In Abhängigkeit von der Aktivierdauer werden folgende q/m-Werte gemessen:

| Aktivierdauer | Aufladung q/m |
|---------------|---------------|
| 5 Min. | + 1,1 μC/g |
| 10 Min. | + 1,5 μC/g |
| 30 Min. | + 1,3 μC/g |
| 120 Min | + 1,8 μC/g |

5 Beispiel 4:

10

25

a) Synthese des Pigmentcrudes:

In eine Rührwerkskugelmühle vom Typ Drais PML (Hersteller: Draiswerke GmbH, Mannheim), die mit 336 g Zirkoniummischoxidperlen vom Durchmesser 0,3-0,4 mm als Mahlkörper gefüllt ist, werden nacheinander 85 g Wasser und 15 g grobkristallines Rohpigment (Pigment Violet 23) eingetragen und darin mit einer Rührwerksumfanggeschwindigkeit von 15,6 m/s sowie einer spezifischen Leistungsdichte von 3,1 kW pro Liter Mahlraum 10 Minuten lang bei 30°C gemahlen.

Anschließend wird die Mahlgutsuspension von den Mahlkörpern abgesiebt, die Mahlkörper werden mit Wasser abgespült und die vereinigten Mahlgutsuspensionen abgesaugt.

b) Finish

Der Filterrückstand wird in Wasser aufgenommen, so dass 150 ml einer wässrigen Suspension vorliegen, zu der 45 g Isobutanol gegeben werden. Nach einer Nachrührzeit von 24 h und mehrstündigem Rühren bei Siedetemperatur werden 7,5 Teile einer wässrigen Suspension des Pigmentdispergators (10 Gew.-%) zugegeben, das Lösemittel abdestilliert und mit 18,7 Teilen Wasser verdünnt.

Aufarbeitung und Mahlung erfolgen wie in Beispiel 1.

Man erhält ein gut kristallines Pulver mit einem Röntgen-Index von 8,92 und einer BET-Oberfläche von 69,5 m²/g.

Die Untersuchung der Teilchengrößenverteilung der Primärteilchen liefert folgende Kenngrößen:

 $d_{25} = 47 \text{ nm}, d_{50} = 63 \text{ nm}, d_{75} = 94 \text{ nm}.$

Länge zu Breiteverhältnis: 1,80:1

5

Coloristik:

| L* | a* | b* | | |
|------|-------|--------|--|--|
| 50,5 | 44,56 | -59,09 | | |

Transmissionswerte des Color Filter Films:

10

| Wellenlänge | 400 nm | 410 nm | 420 nm | 430 nm | 440 nm | 450 nm |
|------------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| Transmission (%) | 63,9 | 67,3 | 70,0 | 72,0 | 72,7 | 71,3 |
| Wellenlänge | 460 nm | 470 nm | 480 nm | 490 nm | 500 nm | |
| Transmission (%) | 68,1 | 62,8 | 53,8 | 40,5 | 27,3 | |
| Wellenlänge | 510 nm | 520 nm | 530 nm | 540 nm | 550 nm | 560 nm |
| Transmission (%) | 17,2 | 9,8 | 6,4 | 6,1 | 6,7 | 6,4 |
| Wellenlänge | 570 nm | 580 nm | 590 nm | 600 nm | 610 nm | |
| Transmission (%) | 7,1 | 11,1 | 19,2 | 27,6 | 29,6 | |
| Wellenlänge | 620 nm | 630 nm | 640 nm | 650 nm | 660 nm | 670 nm |
| Transmission (%) | 25,9 | 25,4 | 32,8 | 46,3 | 60,6 | 71,1 |
| Wellenlänge | 680 nm | 690 nm | 700 nm | | | |
| Transmission (%) | 77,5 | 81,1 | 83,2 | | | |

Bestimmung der Viskosität:

Die Viskosität der Color Filter-Paste beträgt η = 19,9 mPas.

15

Bestimmung der Teilchengrößenverteilung:

Die Color Filter-Paste aus Beispiel 4 wird wie in Beispiel 1 vermessen.

| Maximum-Peak | Halbwertsbreite | d ₅₀ |
|--------------|-----------------|-----------------|
| 69,9 nm | 71,8 nm | 69 nm |

Elektrostatische Eigenschaften (Toner):

Es wird ein Testtoner analog zu Beispiel 1 hergestellt und vermessen, wobei an Stelle von 5 Teilen der Pigmentzubereitung aus Beispiel 1 jetzt 5 Teile

5 Pigmentzubereitung aus Beispiel 4 eingearbeitet werden. In Abhängigkeit von der Aktivierdauer werden folgende q/m–Werte gemessen:

| Aktivierdauer | Aufladung q/m |
|---------------|---------------|
| 5 Min. | + 0,7 μC/g |
| 10 Min. | + 0,9 µC/g |
| 30 Min. | + 0,4 μC/g |
| 120 Min | + 0,6 μC/g |

Patentansprüche:

- 1) Verwendung einer Pigmentzubereitung, gekennzeichnet durch einen Gehalt an
- 5 a) einer Dioxazinverbindung der Formel (I) als Basispigment

$$(I)$$

und

b) einer Dioxazinverbindung der allgemeinen Formel (II) als Pigmentdispergator

$$Q-[Y-X]_{m} \qquad (II)$$

worin

20

25

15 Q für einen m-wertigen Rest des Basispigments der Formel (I) steht,

eine brückenbildende Gruppierung aus der Reihe -(CR¹R²)_x- mit x gleich 1 bis 6, substituiertes oder unsubstituiertes Phenylen, -CO-, oder –NR³- oder eine sich gegebenenfalls wiederholende Kombination von mindestens zwei solcher Brückenglieder unterschiedlichen Typs bezeichnet, wobei R¹, R² und R³ unabhängig voneinander Wasserstoff oder C₁-C₄-Alkyl bedeuten, den Rest eines über ein C-Atom an das Brückenglied Y gebundenen,

den Rest eines über ein C-Atom an das Brückenglied Y gebundenen, aliphatischen oder aromatischen, fünf-, sechs- oder siebengliedrigen heterocyclischen Systems mit jeweils 1 bis 3 ringangehörigen, gleichen oder unterschiedlichen Heteroatomen aus der Reihe Stickstoff, Sauerstoff oder Schwefel darstellt, das ggf. noch einen benzokondensierten Ring

aufweist und durch C_1 - C_4 -Alkyl, C_2 - C_4 -Alkenyl, C_1 - C_3 -Hydroxyalkyl oder Phenyl substituiert sein kann;

oder einen über den Imidstickstoff an das Brückenglied Y gebundenen Phthalimido-Rest darstellt, der am benzoiden Ring bis maximal vierfach durch Chlor, Brom, Nitro, Carboxy, N-(C₁-C₅-Alkyl)-carbamoyl, N-Phenyl-carbamoyl oder Benzoylamino substituiert sein kann;

oder einen Rest –NR⁴R⁵ darstellt, in dem R⁴ und R⁵ unabhängig voneinander jeweils Wasserstoff, substituiertes oder unsubstituiertes C₁-C₂₀-Alkyl oder C₂-C₂₀-Alkenyl, C₅-C₆- Cycloalkyl, substituiertes oder unsubstituiertes Phenyl, Benzyl oder Naphthyl sind;

oder in dem die Gruppe –NR⁴R⁵ ein aliphatisches oder aromatisches, fünf-, sechs- oder siebengliedriges heterocyclisches System mit jeweils 1 bis 3 ringangehörigen, gleichen oder unterschiedlichen Heteroatomen aus der Reihe Stickstoff, Sauerstoff oder Schwefel bildet, das ggf. noch einen benzokondensierten Ring aufweist und durch Hydroxy, Oxo, C₁-C₄-Alkyl,

 C_2 - C_4 -Alkenyl, C_1 - C_3 -Hydroxyalkyl oder Phenyl substituiert sein kann, und einen Zahlenwert zwischen 1 und 4 angibt,

als Farbmittel in Color Filtern, Ink Jet Tinten, elektrophotographischen Tonern und Entwicklern und electronic inks.

20°

25

30

15

5

10

Verwendung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass Y die Bedeutung - $(CH_2)_p$ -, -CO- NR^3 - $(CH_2)_p$ -, - CH_2 - NR^3 -CO- $(CH_2)_p$ - oder - CH_2 - NR^3 -CO- CH_2 -NH- $(CH_2)_n$ - hat, in denen R^3 Wasserstoff oder C_1 - C_4 -Alkyl bedeutet, sowie n und p unabhängig voneinander jeweils Zahlenwerte von 1 bis 6 darstellen,

X den Rest eines über ein C-Atom an das Brückenglied Y gebundenes Furan, Thiophen, Pyrrol, Pyrazol, Thiazol, Oxazol, Triazol, Imidazol, Thionaphthen, Benzoxazol, Benzothiazol, Benzimidazol, Benzotriazol oder Indol; oder einen Rest $-NR^4R^5$ darstellt, in dem R^4 und R^5 unabhängig voneinander jeweils Wasserstoff, ggf. substituiertes C_1 - C_6 -Alkyl oder C_2 - C_6 -Alkenyl, C_5 - C_6 -Cycloalkyl, ggf. substituiertes Phenyl, Benzyl oder Naphthyl sind; oder in dem die Gruppe $-NR^4R^5$ ein Pyrrolinyl, Pyrrolidinyl, Piperidinyl, Morpholinyl Homopiperidinyl oder Imidazolyl bedeutet, das ggf. noch einen

benzokondensierten Ring aufweist und durch Hydroxy, Oxo, C_1 - C_4 -Alkyl, C_1 - C_3 -Hydroxyalkyl oder Phenyl substituiert sein kann, und

m eine Zahl von 1 bis 3 ist.

- 5 3) Verwendung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass
 - Y -(CH₂)₁₋₃-, -CO-NH-(CH₂)₁₋₃-, -CH₂-NH-CO-(CH₂)₁₋₃- oder -CH₂-NH-CO-CH₂-NH-(CH₂)₂₋₃-,
 - X über den Imidstickstoff oder die Positionen 4 oder 5 an das Brückenglied Y gebundenes Imidazolyl oder einen Rest –NR⁴R⁵ bezeichnet, wobei R⁴ und R⁵
- 10 Wasserstoff oder C₁-C₄-Alkyl darstellen, und
 - m eine Zahl von 1 bis 2,5 ist.
 - 4) Verwendung nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass der Pigmentdispergator eine Verbindung der Formel (III) ist,

15

25

$$Q = \begin{bmatrix} H_3C \\ N \\ I \\ H \end{bmatrix}_m$$
 (III)

worin

- m für einen Zahlenwert von 1 bis 4 steht.
- 20 5) Verwendung nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass m eine Zahl von 1 bis 2 ist.
 - 6) Verwendung nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Pigmentzubereitung 0,5 bis 99 Gew.-% an Pigmentdispergator der Formel (II) oder (III), bezogen auf das Gewicht des Basispigments der Formel (I), enthält.

7) Verwendung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass die Pigmentzubereitung 5 bis 30 Gew.-% an Pigmentdispergator der Formel (II) oder (III), bezogen auf das Gewicht des Basispigments der Formel (I), enthält.

28

PCT/EP2005/001802

5 8) Verwendung nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Pigmentzubereitung mit einem Farbmittel aus der Gruppe der organischen oder anorganischen Pigmente oder der organischen Farbstoffe nuanciert ist.

WO 2005/085367

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Interior onal Application No PCT/EP2005/001802

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC 7 C09B67/22 G03F G03F7/00 G03G9/09 C09D11/00 According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) $IPC\ 7\ C09B\ G03F\ G03G\ C09D$ G03G Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used) EPO-Internal, WPI Data, PAJ, INSPEC C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT Category 6 Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages Relevant to claim No. X EP 0 321 919 A (HOECHST 1 - 8AKTIENGESELLSCHAFT) 28 June 1989 (1989-06-28) cited in the application page 3, line 39 - line 52 examples 14-21 Α EP 0 504 923 A (HOECHST 1 - 8AKTIENGESELLSCHAFT) 23 September 1992 (1992-09-23) cited in the application the whole document US 6 284 432 B1 (FURUBAYASHI TOSHIKI ET 1-8 Α AL) 4 September 2001 (2001-09-04) cited in the application example 2 -/--Х Further documents are listed in the continuation of box C. Patent family members are listed in annex. ° Special categories of cited documents : "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art. "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "&" document member of the same patent family Date of the actual completion of the international search Date of mailing of the international search report 8 July 2005 25/07/2005 Name and mailing address of the ISA Authorized officer European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk Tel. (+31–70) 340–2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31–70) 340–3016 Ketterer, M

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Internation No
PCT/EP2005/001802

| C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT | | | | | | | |
|--|---|-----------------------|--|--|--|--|--|
| C.(Continu | ation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVAN1 Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. | | | | | |
| Jalegory | Onacion S. Sessimon, with molocation, whole appropriate, S. | | | | | | |
| A | US 4 451 398 A (PATSCH ET AL) 29 May 1984 (1984-05-29) column 8, line 11 - line 12 example 75 | 1-8 | | | | | |
| A | DATABASE WPI Section Ch, Week 199735 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A60, AN 1997-381405 XP002335382 & JP 09 165528 A (DAINIPPON INK & CHEM INC) 24 June 1997 (1997-06-24) abstract | 1-8 | | | | | |
| Α | WO 01/04215 A (CIBA SPECIALTY CHEMICALS HOLDING INC) 18 January 2001 (2001-01-18) cited in the application abstract page 11, paragraph 2 - paragraph 7 | 1-8 | | | | | |
| Α | EP 0 659 842 A (SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED) 28 June 1995 (1995-06-28) table 2 claim 3 | 1-8 | | | | | |
| Α | DATABASE WPI Section Ch, Week 199731 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class E24, AN 1997-337197 XP002329687 -& JP 09 137075 A (NIPPON KAYAKU KK) 27 May 1997 (1997-05-27) Seite 13,14,16 abstract | 1-8 | | | | | |
| Α | GB 2 275 477 A (* TOYO INK MANUFACTURING CO. LTD) 31 August 1994 (1994-08-31) Tabelle 1, Dispergator 6 example 9; table 2 | 1-8 | | | | | |
| Α | US 5 420 187 A (ENDO ET AL) 30 May 1995 (1995-05-30) Tabelle 2, 'preparation example' 10 Tabelle 3, Beispiele 31,47 | 1-8 | | | | | |
| Α | DATABASE WPI Section Ch, Week 199021 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class E24, AN 1990-158633 XP002335383 -& JP 01 247468 A (TOYO INK MFG CO) 3 October 1989 (1989-10-03) * Seite 578, Formel 10 * abstract | 1-8 | | | | | |



| Intermonal Application No |
|---------------------------|
| PCT/EP2005/001802 |

| | CONSIDERED TO BE RELEVANT , with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|------------------------|---|-----------------------|
| | | |
| A EP 0 604 LIMITED) | 895 A (SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, 6 July 1994 (1994-07-06) | 1-8 |
| examples | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | , |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | : |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

Interconnal Application No PCT/EP2005/001802

| | | | | | 01/ 11 20 | 00,001002 |
|--|-------|---------------------|---|---|---|--|
| Patent document cited in search report | | Publication date | | Patent family member(s) | | Publication date |
| EP 0321919 | A | 28-06-1989 | DE CA DE DK EP JP JP KR US | 3838814 1338668 3887744 714688 0321919 1213366 2650993 9612873 4986852 | C D1 A A2 A B2 B1 | 06-07-1989 22-10-1996 24-03-1994 23-06-1989 28-06-1989 28-08-1989 10-09-1997 25-09-1996 22-01-1991 |
| EP 0504923 | A | 23-09-1992 | DE EP JP JP KR US | 59207080 0504923 3388591 5112732 229774 5318627 | A1 B2 A B1 | 17-10-1996 23-09-1992 24-03-2003 07-05-1993 15-11-1999 07-06-1994 |
| US 6284432 | B1 | 04-09-2001 | JP TW | 11295515 552478 | | 29-10-1999 11-09-2003 |
| US 4451398 | Α | 29-05-1984 | DE DE CA DE DK EP JP JP | 3006013 3044563 1170254 3164935 68781 0034725 1048303 1564104 56129259 | A1 A1 D1 A ,B, A2 B C | 20-08-1981 08-07-1982 03-07-1984 30-08-1984 19-08-1981 02-09-1981 18-10-1989 12-06-1990 09-10-1981 |
| JP 9165528 | А | 24-06-1997 | JP | 3489348 | | 19-01-2004 |
| WO 0104215 | A | 18-01-2001 | AT AU BR CN CN DE DK DE EP EP MXS US US US | 265499 6429100 0012323 2374977 1360617 1554711 1534067 60010262 60010262 1194485 0104215 1194485 1411091 1411092 2218193 2003504480 PA01013296 2003127023 6517630 2004250732 2004250733 2004261662 | A A A A A A A A A A A A A A A A A A A | 15-05-2004 30-01-2001 07-05-2002 18-01-2001 24-07-2002 15-12-2004 06-10-2004 03-06-2004 16-09-2004 09-08-2004 18-01-2001 10-04-2002 21-04-2004 21-04-2004 21-04-2004 16-11-2004 04-02-2003 15-10-2003 11-02-2003 16-12-2004 30-12-2004 |
| EP 0659842 | A | 28-06-1995 | JP | 7188576 0659842 | | 25-07-1995 28-06-1995 |

IN RNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No PCT/EP2005/001802

| Patent docun cited in search | | Publication date | | Patent family member(s) | Publication date |
|---------------------------------|-----|---------------------|----------------------------|--|--|
| JP 913707 | 5 A | 27-05-1997 | NONE | | |
| GB 227547 | 7 A | 31-08-1994 | JP JP US | 3319123 B2 6316676 A 5476544 A | 26-08-2002 15-11-1994 19-12-1995 |
| US 542018 | 7 A | 30-05-1995 | JP JP GB JP JP | 2864895 B2 6088042 A 2270319 A ,B 2976761 B2 6207120 A | 08-03-1999 29-03-1994 09-03-1994 10-11-1999 26-07-1994 |
| JP 124746 | 8 A | 03-10-1989 | JP JP | 2102721 C 8019347 B | 22-10-1996 28-02-1996 |
| EP 060489 | 5 A | 06-07-1994 | JP JP JP EP | 6240158 A 6240162 A 6240157 A 0604895 A1 | 30-08-1994 30-08-1994 30-08-1994 06-07-1994 |

INTERNATIONA RECHERCHENBERICHT

Interconales Aktenzeichen
PCT/EP2005/001802

a. Klassifizierung des anmeldungsgegenstandes IPK 7 C09B67/22 G03F7/00 G03G9/09 C09D11/00 Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK **B. RECHERCHIERTE GEBIETE** Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole) G03F IPK 7 CO9B G03G C09D Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe) EPO-Internal, WPI Data, PAJ, INSPEC C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile Kategorie® Betr. Anspruch Nr. χ EP 0 321 919 A (HOECHST 1 - 8AKTIENGESELLSCHAFT) 28. Juni 1989 (1989-06-28) in der Anmeldung erwähnt Seite 3, Zeile 39 - Zeile 52 Beispiele 14-21 EP 0 504 923 A (HOECHST Α 1-8 AKTIENGESELLSCHAFT) 23. September 1992 (1992-09-23) in der Anmeldung erwähnt das ganze Dokument US 6 284 432 B1 (FURUBAYASHI TOSHIKI ET Α 1 - 8AL) 4. September 2001 (2001-09-04) in der Anmeldung erwähnt Beispiel 2 Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu Siehe Anhang Patentfamilie entnehmen "T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden Ist und mit der Anmeldung nicht kollidient, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundellegenden Prinzips oder der ihr zugrundellegenden Theorie angegeben ist "X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen "A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist "E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft er-scheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann nahellegend ist soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt) Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist "&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist Datum des Abschlusses der internationalen Recherche Absendedatum des internationalen Recherchenberichts 8. Juli 2005 25/07/2005 Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Bevollmächtigter Bediensteter Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 Tel. (+31–70) 340–2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31–70) 340–3016 Ketterer, M

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Inter Conales Aktenzeichen
PCT/EP2005/001802

| | | P2005/001802 | | | | | |
|------------|---|--------------------|--|--|--|--|--|
| | C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN | | | | | | |
| Kategorie° | Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile | Betr. Anspruch Nr. | | | | | |
| A | US 4 451 398 A (PATSCH ET AL) 29. Mai 1984 (1984-05-29) Spalte 8, Zeile 11 - Zeile 12 Beispiel 75 | 1-8 | | | | | |
| A | DATABASE WPI Section Ch, Week 199735 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A60, AN 1997-381405 XP002335382 | 1-8 | | | | | |
| | & JP 09 165528 A (DAINIPPON INK & CHEM INC) 24. Juni 1997 (1997-06-24) Zusammenfassung | | | | | | |
| A | WO 01/04215 A (CIBA SPECIALTY CHEMICALS HOLDING INC) 18. Januar 2001 (2001-01-18) in der Anmeldung erwähnt Zusammenfassung Seite 11, Absatz 2 - Absatz 7 | 1-8 | | | | | |
| A | EP 0 659 842 A (SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED) 28. Juni 1995 (1995-06-28) Tabelle 2 Anspruch 3 | 1-8 | | | | | |
| A . | DATABASE WPI Section Ch, Week 199731 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class E24, AN 1997-337197 XP002329687 -& JP 09 137075 A (NIPPON KAYAKU KK) 27. Mai 1997 (1997-05-27) Seite 13,14,16 Zusammenfassung | 1-8 | | | | | |
| A | GB 2 275 477 A (* TOYO INK MANUFACTURING CO. LTD) 31. August 1994 (1994-08-31) Tabelle 1, Dispergator 6 Beispiel 9; Tabelle 2 | 1-8 | | | | | |
| A | US 5 420 187 A (ENDO ET AL) 30. Mai 1995 (1995-05-30) Tabelle 2, 'preparation example' 10 Tabelle 3, Beispiele 31,47 | 1-8 | | | | | |
| A | DATABASE WPI Section Ch, Week 199021 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class E24, AN 1990-158633 XP002335383 -& JP 01 247468 A (TOYO INK MFG CO) 3. Oktober 1989 (1989-10-03) * Seite 578, Formel 10 * Zusammenfassung | 1-8 | | | | | |
| | -/ | | | | | | |

INTERNATIONAL RECHERCHENBERICHT

Inter conales Aktenzeichen
PCT/EP2005/001802

| ng) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN | |
|--|--|
| Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile | Betr. Anspruch Nr. |
| EP 0 604 895 A (SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED) 6. Juli 1994 (1994-07-06) Beispiele | 1-8 |
| | |
| | |
| | |
| | |
| | |
| | |
| | Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile EP 0 604 895 A (SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED) 6. Juli 1994 (1994–07–06) Beispiele |

INTERNATIONAL RECHERCHENBERICHT

Angaben zu, Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Interior nales Aktenzeichen
PCT/EP2005/001802

| | Recherchenbericht ortes Patentdokum | | Datum der Veröffentlichung | | Mitglied(er) der Patentfamilie | Datum der Veröffentlichung |
|----|--|----------------|-------------------------------|----------|-----------------------------------|-------------------------------|
| | | | | | | |
| EP | 0321919 | Α | 28-06-1989 | DE | 3838814 A1 | 06-07-1989 |
| | | | | CA | 1338668 C | 22-10-1996 |
| | | | | DE | 3887744 D1 | 24-03-1994 |
| | | | | DK | 714688 A | 23-06-1989 |
| | | | | EΡ | 0321919 A2 | 28-06-1989 |
| | | | | JP | 1213366 A | 28-08-1989 |
| | | | | JP | 2650993 B2 | 10-09-1997 |
| | | | | KR | 9612873 B1 | 25-09-1996 |
| | | | | US | 4986852 A | 22-01-1991 |
| EP | 0504923 | A | 23-09-1992 | DE | 59207080 D1 | 17-10-1996 |
| | | | | ĒΡ | 0504923 A1 | 23-09-1992 |
| | | | | ĴΡ | 3388591 B2 | 24-03-2003 |
| | | | | ĴΡ | 5112732 A | 07-05-1993 |
| | | | | KR | 229774 B1 | 15-11-1999 |
| | | | | US | 5318627 A | 07-06-1994 |
| | 6284432 | B1 | 04-09-2001 | JP | 11295515 A | 29-10-1999 |
| us | 0204432 | DI | 04-03-2001 | TW | 552478 B | 29-10-1999 11-09-2003 |
| | | | | | 3324/O D | 11_02_5002 |
| US | 4451398 | Α | 29-05-1984 | DE | 3006013 A1 | 20-08-1981 |
| | | | | DE | 3044563 A1 | 08-07-1982 |
| | | | | CA | 1170254 A1 | 03-07-1984 |
| | | | | DE | 3164935 D1 | 30-08-1984 |
| | | | | DK | 68781 A ,B | |
| | | | | EP | 0034725 A2 | 02-09-1981 |
| | | | | ĴΡ | 1048303 B | 18-10-1989 |
| | | | | JP | 1564104 C | 12-06-1990 |
| | | | | JP | 56129259 A | 09-10-1981 |
| JP | 9165528 | Α | 24-06-1997 | JP | 3489348 B2 | 19-01-2004 |
| WO | 0104215 | A | 18-01-2001 | AT | 265499 T | 15-05-2004 |
| | | , - | - | AU | 6429100 A | 30-01-2001 |
| | | | | BR | 0012323 A | 07-05-2002 |
| | | | | CA | 2374977 A1 | 18-01-2001 |
| | | | | CN | 1360617 A | 24-07-2002 |
| | | | | CN | 1554711 A | 15-12-2004 |
| | | | | CN | 1534711 A 1534067 A | 06-10-2004 |
| | | | | | | |
| | | | | DE | 60010262 D1 | 03-06-2004 |
| | | | | DE | 60010262 T2 | 16-09-2004 |
| | | | | DK | 1194485 T3 | 09-08-2004 |
| | | | | MO | 0104215 A2 | 18-01-2001 |
| | | | | EP | 1194485 A2 | 10-04-2002 |
| | | | | EΡ | 1411091 A1 | 21-04-2004 |
| | | | | EP | 1411092 A1 | 21-04-2004 |
| | | | | ES | 2218193 T3 | 16-11-2004 |
| | | | | JP | 2003504480 T | 04-02-2003 |
| | | | | MX | PA01013296 A | 15-10-2003 |
| | | | | US | 2003127023 A1 | 10-07-2003 |
| | | | | ÜS | 6517630 B1 | 11-02-2003 |
| | | | | ŬŠ | 2004250732 A1 | 16-12-2004 |
| | | | | US | 2004250733 A1 | 16-12-2004 |
| | | | | US | 2004261662 A1 | 30-12-2004 |
| | 0659842 | A | 28-06-1995 | ЈР | 7188576 A | 25-07-1995 |
| ED | ALC: 170H/ | Α | 70.00-1330 | | | |
| EP | 0000012 | | | ED | UEEU0/10 1/0 | 20 NE INDE |
| EP | 0000012 | | | EP US | 0659842 A2 5556456 A | 28-06-1995 17-09-1996 |

INTERNATIONAL RECHERCHENBERICHT

Angaben zu, Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Intermanales Aktenzeichen PCT/EP2005/001802

| lm Recherchenbericht angeführtes Patentdokumen | t | Datum der Veröffentlichung | Mitglied(er) der Patentfamilie | | Datum der Veröffentlichung |
|---|---|-------------------------------|-----------------------------------|--|--|
| JP 9137075 | Α | 27-05-1997 | KEINE | | |
| GB 2275477 | Α | 31-08-1994 | JP JP US | 3319123 B2 6316676 A 5476544 A | 26-08-2002 15-11-1994 19-12-1995 |
| US 5420187 | A | 30-05-1995 | JP JP GB JP JP | 2864895 B2 6088042 A 2270319 A ,B 2976761 B2 6207120 A | 08-03-1999 29-03-1994 09-03-1994 10-11-1999 26-07-1994 |
| JP 1247468 | A | 03-10-1989 | JP JP | 2102721 C 8019347 B | 22-10-1996 28-02-1996 |
| EP 0604895 | Α | 06-07-1994 | JP JP JP EP | 6240158 A 6240162 A 6240157 A 0604895 A1 | 30-08-1994 30-08-1994 30-08-1994 06-07-1994 |